

RZECZPOSPOLITA
POLSKAUrząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) OPIS PATENTOWY (19) PL (11) 170632

(13) B1

(21) Numer zgłoszenia: 297500

(51) IntCl⁶:
C07C 49/786
C07C 45/14

(22) Data zgłoszenia: 20.01.1993

(54) Sposób otrzymywania 4-fenylo-benzofenonu

(43) Zgłoszenie ogłoszone:
25.07.1994 BUP 15/94(45) O udzieleniu patentu ogłoszone:
31.01.1997 WUP 01/97(73) Uprawniony z patentu:
Przedsiębiorstwo Farmaceutyczne "JELFA"
Spółka Akcyjna, Jelenia Góra, PL(72) Twórcy wynalazku:
Antoni Walczak, Jelenia Góra, PL
Józef Rząsa, Jelenia Góra, PL
Stefan Łabuś, Jelenia Góra, PL

(57) Sposób otrzymywania 4-fenylo-benzofenonu przez ogrzewanie bifenyli i chlorku benzoilu w obecności chlorku glinu, **znamienny tym**, że chloroformowy roztwór bifenyli dodaje się do wrzącego chloroformowego roztworu kompleksu chlorku glinowego z chlorkiem benzoilowym, otrzymanego przez wkroplenie chlorku benzoilu do zawiesiny chlorku glinowego w chloroformie, a wytworzony 4-fenylo-benzofenon wydziela się z mieszaniny reakcyjnej, w ogólnie znany sposób.

PL 170632 B1

BEST AVAILABLE COPY

Sposób otrzymywania 4-fenylo-benzofenonu

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania 4-fenylo-benzofenonu przez ogrzewanie bifenyłu i chlorku benzoilu w obecności chlorku glinu, znamienny tym, że chloroformowy roztwór bifenyłu dodaje się do wrzącego chloroformowego roztworu kompleksu chlorku glinowego z chlorkiem benzoilowym, otrzymanego przez wkroplenie chlorku benzoilu do zawiesiny chlorku glinowego w chloroformie, a wytworzony 4-fenylo-benzofenon wydziela się z mieszaniny reakcyjnej, w ogólnie znany sposób.

* * *

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania 4-fenylo-benzofenonu. Związek ten może znaleźć zastosowanie jako półprodukt w syntezach leków, na przykład w syntezie bifonazolu, leku przeciwgrzybicznego.

Znane dotychczas z literatury sposoby otrzymywania 4-fenylo-benzofenonu polegają na ogrzewaniu substratów bez użycia katalizatora lub z użyciem katalizatora.

Znany jest (Nenitzescu, Isacescu, Jonescu, Ann. 1931, 491, 217) sposób otrzymywania 4-fenylo-benzofenonu bez użycia katalizatora polegający na ogrzewaniu trzykrotnego nadmiaru bifenyłu z chlorkiem benzoilu, oddestylowaniu nadmiaru bifenyłu z parą wodną i krystalizacji 4-fenylo-benzofenonu.

Wadą tego sposobu jest długi czas ogrzewania substratów oraz żmudna destylacja z parą wodną nieprzereagowanego bifenyłu.

Znany jest również (L.M. Lang, H.R. Henze J. Am. Chem. Soc. 1941, 63, 1939) sposób otrzymywania 4-fenylo-benzofenonu, który polega na szybkim wkropleniu równomolowych ilości chlorku benzoilu i chlorku bifenyłu rozpuszczonych w dwusiarczku węgla do zawiesiny chlorku glinowego w dwusiarczku węgla. Wrzenie mieszaniny utrzymuje się przez cztery godziny, po czym oddestylowuje się dwusiarczek węgla, a otrzymany produkt poddaje się krystalizacji. 4-Fenylo-benzofenon otrzymuje się z wydajnością około 75%.

Wadą tego sposobu jest stosowanie silnie toksycznego i wybuchowego dwusiarczku węgla.

Nieoczekiwanie okazało się, że możliwe jest prowadzenie kondensacji bifenyłu z chlorkiem benzoilu w obecności chlorku glinu w chloroformie, który zwykle nie może być stosowany w reakcji Friedel-Crafts'a ponieważ wchodzi w reakcję z substratami.

Sposób według wynalazku polega na sporządzeniu trwałego w chloroformie kompleksu chlorku glinowego z chlorkiem benzoilu. W tym celu do zawiesiny chlorku glinowego w chloroformie wkrapla się, w temperaturze pokojowej, chlorek benzoilu. Do chloroformowego roztworu kompleksu chlorku glinowego z chlorkiem benzoilu podgrzanego do wrzenia wkrapla się następnie chloroformowy roztwór bifenyłu i całość ogrzewa się.

Zaletą sposobu według wynalazku jest wyeliminowanie bardzo toksycznego dwusiarczku węgla przez użycie znacznie mniej toksycznego chloroformu, a tym samym zmniejszenie zagrożenia pożarowego i wybuchowego.

Przedmiot wynalazku jest bliżej wyjaśniony w przykładzie wytwarzania.

P r z y k ł a d. W kolbie okrągłodennej o pojemności 2 dm³ zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, termometr, mieszkadło i wkraplacz umieszcza się 80 g (0,6 mola) chlorku glinowego bezwodnego oraz 600 cm³ suchego chloroformu. Do mieszaniny wkrapla się 69 cm³ (0,6 mola) chlorku benzoilu i całość miesza się w temperaturze pokojowej w ciągu 1 godziny, a następnie podgrzewa się do wrzenia. Do wrzącego roztworu wlewa się 61,6 g (0,4 mola) bifenyłu w 200 cm³ suchego chloroformu i całość ogrzewa się we wrzeniu w ciągu 1 godziny. Mieszaninę

BEST AVAILABLE COPY

170 632

3

reakcyjną wylewa się do 1,0 dm³ i miesza się, a następnie rozdziela warstwy. Warstwę chloroformową po przemyciu zateża się i pozostałość krystalizuje z acetonu otrzymując 76,0 g 4-fenilo-benzofenonu (74%) o temperaturze topnienia 97-98°.

BEST AVAILABLE COPY

[Translation from Polish]

REPUBLIC OF POLAND
Patent Office
of the Republic of Poland

(19) PL

(11) 170,632
(13) B1

(12) PATENT SPECIFICATION

(21) Application Number: 297500

(22) Filing Date: 20 Jan. 93

(51) Int. Cl.⁶:
C07C 49/786
C07C 45/14

(54) Method for Obtaining 4-phenylbenzophenone

(43) Application Published: 25 July 1994 BUP 15/94

(45) Patent Grant Published: 31 Jan. 1997 WUP 01/97

(73) Patent Assignee:

JELFA Pharmaceutical Company Incorporated, Jelenia Gora, PL

(72) Inventors:

Antoni Walczak, Jelenia Gora, PL

Jozef Rzasa, Jelenia Gora, PL

Stefan Labus, Jelenia Gora, PL

(57) Method for obtaining 4-phenylbenzophenone heating biphenyl and benzoyl chloride in the presence of aluminum chloride, wherein a chloroform solution of biphenyl is added to a boiling chloroform solution of aluminum chloride and benzoyl chloride complex obtained by instilling benzoyl chloride into an aluminum chloride suspension in chloroform, and the 4-phenylbenzophenone produced is extracted from the reaction mixture in a generally-known manner.

BEST AVAILABLE COPY